



自己組織化超分子の放射光 X 線回折による構造解析

佐藤 宗太^{1,2}, 吉田 知史¹

¹ 東京大学大学院工学系研究科応用化学専攻, ² 東京大学社会連携講座「統合分子構造解析講座」

キーワード : 単結晶 X 線構造解析, X 線回折, 自己組織化, 超分子, 結晶スポンジ法

1. 背景と研究目的

我々の研究グループでは自己組織化超分子の合成および、その機能探索を進めてきている。今回、ゲスト分子の構造解析を実現する機能を有する結晶スポンジ試料^[1]を対象にして、一般的な実験室に設置されたラボ回折計では測定が難しい、数十マイクロメートル程度の結晶に対して、構造解析を念頭に、十分な到達分解能とされる 0.83 \AA をめざす高分解能なデータ取得に BL2S1 ビームラインを利用して放射光 X 線を用いた回折実験にとりくんだ。

2. 実験内容

高分解能な回折データを取得するために、波長 0.75 \AA 、カメラ長 90 mm の設定を用い、ADSC 社の Q270 CCD 検出器を用いて測定を行った。1 度の振動角あたり $1 \sim 2$ 秒程度の露光時間で X 線を照射して 1 軸回転のゴニオメーターで 360 度分のデータを取得した。自己組織化超分子の試料一般に見受けられる傾向であるが、低角側の回折点の強度が強く、高角側の回折点の強度が弱い。今回も同様の強度分布が観測され、十分な強度で高角側のデータを取得すると、ダイナミックレンジが狭い CCD 検出器であるがために、低角側の回折点の強度が飽和し、低角側のコンプリートネスが不十分であった。この問題を回避するために、露光時間・アッテネーターを調整して低角側回折点の強度の飽和を避け、同時に散乱によるバックグラウンド低減のためにカメラ長を長くしたデータセットを取得し、XDS ソフトでマージしてコンプリートネスの改善を図った。さらに、測定した結晶の空間群は $C2$ と比較的対称性が低く、一軸回転によって取得したデータだけではコンプリートネスが不十分であった。ビームラインに備えられたミニカップーゴニオを利用し、 30 度のカップー角度で同様に回折データを取得し、XDS ソフトでマージして低角～高角まで、全体のコンプリートネスの改善を図った。

3. 結果および考察

BL2S1 ビームラインを用いて、ラボ機では測定が難しい 50 \mu m の小さな結晶から、 0.83 \AA に到達する十分な分解能のデータを得られることを実証できた。CCD 検出器のデメリットである狭いダイナミックレンジの問題は、フォトンフラックスを下げて取得したデータセットをマージすることで回避可能であり、さらに、ミニカップーゴニオの併用により、高品質なデータを取得できることを実証できた。このマージ作業において、操作性のよい XDSGUI をインターフェースに用いることで、XDS ソフトを簡便に利用できたことも円滑に実験を進めることができた鍵であった。

4. 参考文献

1. “X-ray analysis on the nanogram to microgram scale using porous complexes” Y. Inokuma, S. Yoshioka, J. Ariyoshi, T. Arai, Y. Hitora, K. Takada, S. Matsunaga, K. Rissanen, M. Fujita, *Nature* **2013**, *495*, 461-466 [doi:10.1038/nature11990].; Corrigendum: *Nature* **2013**, *501*, 262 [doi:10.1038/nature12527].